

Air dan air limbah – Bagian 32 : Cara uji kadar sulfit (SO_3^{2-}) secara titrimetri



© BSN 2005

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Manggala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi	i
Prakata	ii
1 Ruang lingkup	1
2 Istilah dan definisi	1
3 Cara uji	1
4 Jaminan mutu dan pengendalian mutu	2
5 Rekomendasi	3
Lampiran A Pelaporan	4
Bibliografi	5



Prakata

SNI ini merupakan hasil kaji ulang dan revisi dari SNI 19-1665-1989, *Cara uji kadar sulfit dalam air dan air buangan*. SNI ini menggunakan referensi dari metode standar internasional yaitu *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*, 20 th Edition (1998), 4500- SO_3^{2-} A and B, editor L. S. Clesceri, A.E. Greenberg, A.D. Eaton, APHA, AWWA and WEF, Washington DC. SNI ini telah melalui uji coba di laboratorium pengujian dalam rangka validasi dan verifikasi metode serta dikonsensuskan oleh Subpanitia Teknis *Kualitas Air* dari Panitia Teknis 207S, Panitia Teknis *Sistem Manajemen Lingkungan* dengan para pihak terkait.

Standar ini telah disepakati dan disetujui dalam rapat konsensus dengan peserta rapat yang mewakili produsen, konsumen, ilmuwan, instansi teknis, pemerintah terkait dari pusat maupun daerah pada tanggal 3 – 4 November 2004 di Depok.

Dengan ditetapkannya SNI 06-6989.32-2005 ini, maka penerapan SNI 19-1665-1989 dinyatakan tidak berlaku lagi. Pemakai SNI agar dapat meneliti validasi SNI yang terkait dengan metode ini, sehingga dapat selalu menggunakan SNI edisi terakhir.



Air dan air limbah – Bagian 32 : Cara uji kadar sulfit (SO_3^{2-}) secara titrimetri

1 Ruang lingkup

Cara uji ini digunakan untuk penentuan kadar sulfit secara titrimetri dalam contoh air dan air limbah dengan deteksi kadar minimum 2 mg/L.

2 Istilah dan definisi

2.1

larutan blanko

air suling yang perlakuannya sama dengan contoh uji

3 Cara uji

3.1 Prinsip

Ion sulfit dalam suasana asam dititrasi dengan campuran iodat–iodida (yang membebaskan iodin secara *insitu* dalam suasana asam). Setelah titik ekuivalen tercapai, kelebihan campuran iodat-iodida yang membentuk iodin akan bereaksi dengan indikator kanji membentuk warna biru.

3.2 Bahan

- a) Larutan asam sulfat (H_2SO_4 , 1+1)
Masukkan dengan hati-hati 50 mL asam sulfat pekat ke dalam gelas piala yang berisi 50 mL air suling dan diletakkan pada penangas es.
- b) Asam salisilat ($\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_3$) atau seng klorida (ZnCl_2)
- c) Larutan kanji
 - 1) buat pasta dari 0,5 g kanji (*starch*) dengan sedikit air suling;
 - 2) tambah 100 mL air suling mendidih, aduk dan panaskan beberapa menit, diamkan 1 malam;
 - 3) tambah 0,13 g asam salisilat atau 0,4 g seng klorida.
- d) Kalium iodida (KI)
- e) Kalium iodat (KIO_3)
- f) Natrium bikarbonat (NaHCO_3)
- g) Larutan Kalium iodida-iodat (0,0125 N)
 - 1) timbang 0,4458 g kalium iodat yang telah dikeringkan pada suhu 120°C selama 4 jam, kemudian dilarutkan dengan sedikit air suling di dalam labu ukur 1 L;
 - 2) tambahkan 4,35 g kalium iodida (KI) dan 0,31 g natrium bikarbonat (NaHCO_3) ke dalam larutan pada butir 1);
 - 3) encerkan sampai tanda tera dengan air suling dan dihomogenkan.

- h) Larutan Etilen Diamin Tetra Asetat dihidrat (EDTA, $C_{10}H_{16}N_2O_8$)
Larutkan 2,5 g dinatrium etilen diamin tetra asetat dihidrat dengan air suling dan encerkan sampai 100 mL kemudian dihomogenkan.
- i) Kristal asam sulfamat (H_3NO_3S)

3.3 Peralatan

- erlenmeyer;
- buret;
- oven;
- desikator;
- alat pemanas;
- timbangan analitik; dan
- pipet volumetrik 1 mL dan 100 mL.

3.4 Persiapan contoh uji sulfit

Pengambilan contoh uji dilakukan secara hati-hati, hindari kontak dengan udara dan segera dilakukan analisis. Contoh uji yang bersuhu lebih besar dari $50^{\circ}C$ harus didinginkan. Tambahkan 1 mL larutan EDTA untuk setiap 100 mL contoh uji. Contoh uji jangan disaring.

3.5 Prosedur

- masukkan 1 mL larutan asam sulfat (1+1) dan 1 mL larutan kanji ke dalam erlenmeyer;
- tambah 0,1 g kristal asam sulfamat, setelah larut masukkan 100 mL contoh uji dan segera titrasi dengan larutan kalium iodida-iodat 0,0125 N sampai timbul warna biru;
- catat pemakaian kalium iodida-iodat 0,0125 N dan hitung kadar sulfit.

3.6 Perhitungan

Kadar sulfit (mg/L)

$$\text{Sulfit (mg/L)} = \frac{A \times N \times 40 \times 1000}{V}$$

dengan pengertian:

- A adalah volume kalium iodida-iodat yang dibutuhkan pada titrasi (mL);
 N adalah normalitas larutan kalium iodida-iodat;
 40 adalah berat ekuivalen sulfit;
 V adalah volume contoh uji (mL).

4 Jaminan mutu dan pengendalian mutu

4.1 Jaminan mutu

- Gunakan alat ukur yang terkalibrasi.
- Gunakan bahan kimia *pro analysis* (p.a).
- Gunakan alat gelas bebas kontaminan.
- Dikerjakan oleh analis yang kompeten.
- Lakukan analisis segera setelah pengambilan contoh uji.

4.2 Pengendalian mutu

- a) Lakukan analisis blanko untuk kontrol kontaminasi.
- b) Lakukan analisis duplo untuk kontrol ketelitian analisis.
- c) Jika perbedaan persen relatif hasil pengukuran lebih besar atau sama dengan 10% maka dilakukan pengukuran ketiga.
- d) Semua pereaksi dan air suling yang dipakai harus bebas sulfit.
- e) Apabila contoh uji mengandung sulfida, tambahkan 0,5 g seng asetat dan gunakan cairan beningnya (*supernatant*) sebagai contoh uji.

5 Rekomendasi

Kontrol akurasi

Buat *control chart* untuk akurasi analisis.



Lampiran A
(normatif)
Pelaporan

Catat pada buku kerja hal-hal sebagai berikut:

- 1) Parameter yang dianalisis.
- 2) Nama analis dan tanda tangan.
- 3) Tanggal analisis.
- 4) Rekaman hasil pengukuran duplo, triplo dan seterusnya.
- 5) Nomor contoh uji.
- 6) Tanggal penerimaan contoh uji.
- 7) Batas deteksi.
- 8) Rekaman hasil perhitungan.
- 9) Kadar analit contoh uji.



Bibliografi

L.S.Clesceri, A.E.Greenberg, A.D.Eaton, *Standard Methods for the Examination Of Water and Wastewater*, 20 th Edition (1998), 4500-SO₃²⁻A and B, APHA, AWWA and WPCF, Washington DC.









BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.or.id